RO/CH PCT/CH 0 0 / 0 0 3 1 7

BUNDESREPUBLIK DELESCHLAND

1 6. Juni 2000 (1 6. 06. 00)



REC'D **27 JUN 2000**WIPO PCT

Bescheinigung

CH00/00317

Die Bühler AG in Uzwil/Schweiz hat eine Patentanmeldung unter der Bezeichnung

"Verfahren und Vorrichtung zur Herstellung von kristallisationsfähigem Kunststoffmaterial"

4

am 18. August 1999 beim Deutschen Patent- und Markenamt eingereicht.

Die angehefteten Stücke sind eine richtige und genaue Wiedergabe der ursprünglichen Unterlagen dieser Patentanmeldung.

Die Anmeldung hat im Deutschen Patent- und Markenamt vorläufig die Symbole C 08 J und C 08 L der Internationalen Patentklassifikation erhalten.

Terminan, and the second

München, den 21. März 2000

Deutsches Patent- und Markenamt

Der Präsident

Dzierzon

Im Auftrag

Aktenzeichen: <u>199 38 583.1</u>

PRIORITY DOCUMENT

SUBMITTED OR TRANSMITTED IN COMPLIANCE WITH RULE 17.1(a) OR (b)

Verfahren und Vorrichtung zur Herstellung von kristallisationsfähigem Kunststoffmaterial

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von kristallisationsfähigem Kunststoffmaterial wie Polyestern und dergleichen, insbesondere von PET, durch ein der
Schmelzphase nachgeordnetes Kristallisieren und Nachkondensieren in fester Phase
sowie eine Vorrichtung zur Durchführung des Verfahrens.

Das Kristallisieren und Nachkondensieren in fester Phase (SSP) von aus einer Schmelze gewonnenen Polyestern, insbesondere von PET (Polyethylenterephthalat) ist allgemein bekannt. Hierbei wird das schmelzflüssige Polyester (Schmelztemperatur 270°C und höher) unter gleichzeitiger Abkühlung bis auf Raumtemperatur zum Beispiel zu Stranggranulat verarbeitet und dient als amorphes Ausgangsmaterial für ein nachfolgendes Kristallisieren und Nachkondensieren zu PET. Gemäss der EP-A-379684 erfolgt zum Beispiel das Kristallisieren in zwei Wirbelbetten (Kombination von Sprudelbett und Fliessbett) bei Temperaturen von 140°C bis 180°C. Nach dem Kristallisieren erfolgt ein Prallen, um Agglomerate aufzulösen.

Es ist aber auch bekannt, bereits bei einer Temperatur von weniger als 140°C zu kristallisieren und auch die Festphasennachkondensation bei einer Temperatur oberhalb 180°C durchzuführen (zum Beispiel gemäss der nicht vorveröffentlichten CH 02131/92-2).

Die EP-A-822214 beschreibt nun ein Verfahren, bei dem unter Verzicht auf eine Kühlung der Schmelze auf eine Temperatur weit unterhalb der Kristallisationstemperatur ein Strangextrudieren, Pelletieren und Kristallisieren von Polyestermaterial erfolgt. Hierbei wird eine Temperatur von ca. 160°C bis 220°C beibehalten und das Kristallisieren soll ca. 5-30 Minuten erfordern. Allerdings ist ein solcher Verzicht auf ein starkes Abkühlen beim Pelletieren schon aus der WO 97/23543 vorbekannt. Ein Polyester wird bei ca. 270°C in einer Schmelze gehalten und gelangt durch eine Öffnung in Tropfenform auf eine heisse Metallplatte von ca. 135°C, wo bereits eine Kristallisation erfolgt. Dem folgt eine heisse Metallplatte von ca. 135°C, wo bereits eine Kristallisation erfolgt. Dem folgt





dann ein üblicher SSP-Prozess über 24 Stunden bei ca. 205°C. Nach der Lehre der US-A-5510454 kann die Temperatur der Platte, auf die die Tropfen gelangen auch 180°C betragen.

Bekannt ist weiterhin ein Verfahren zur gleichzeitigen Trocknung und Kristallisation thermoplastischer Kunststoffe, zum Beispiel von PET gemäss der WO94/25239, wobei zu trocknende Kunststoffstränge während einer Zeitdauer von maximal 1,5 Sekunden zur Erzielung einer Oberflächentemperatur von mindestens 100°C abgeschreckt werden. Die Kristallisationszeit soll durch diese nur teilweise Abkühlung des Kunststoffs maximal ca. 20 Sekunden betragen.

Bei einer Vorrichtung zur Herstellung von Polyamiden gemäss der DE-A-19510698 kann ein Wanderbettreaktor evakuiert werden, wobei einer Vakuumpumpe ein Abscheider zum Abscheiden von Staub aus dem Abgas vorgesehen sein kann. Ein zuverlässiges Trennen von festen Fremdstoffen, Stäuben und dergleichen vom Kunststoffmaterial ist jedoch nicht gegeben.

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, ein Verfahren zur Herstellung von kristallisationsfähigem Kunststoffmaterial wie Polyester oder PET so weiter zu entwickeln, dass durch grössere Kristallite und eine bessere Oberflächenkristallstruktur eine höhere Reaktivität im SSP-Prozess erreicht wird, und dass feste Fremdstoffe nach dem Kristallisieren zuverlässig vom Kunststoffmaterial getrennt werden. Ebenso soll der Energieverbrauch gesenkt werden. Dies erfolgt an Hand der Merkmale des Patentanspruchs 1.

Der Erfindung liegt auch die Aufgabe zugrunde, eine geeignete Vorrichtung zur Durchführung des vorgenannten Verfahrens zu schaffen.

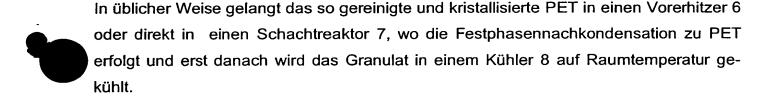
Bevorzugte Ausführungsvarianten sind in den Unteransprüchen enthalten.

Die Erfindung wird nachfolgend in einem Ausführungsbeispiel an Hand einer Zeichnung näher beschrieben. Die Zeichnung zeigt in der einzigen Figur eine Prinzipdarstellung.

Aus einem nicht dargestellten Schmelzreaktor heraus gelangt PET 1 mit einer Temperatur von ca. 280°C unter Abkühlung und Verfestigung in einen Cutter 2.

Die so entstehenden amorphen Pellets 3 mit einer Temperatur von 140°C bis 180°C gelangen danach ohne weitere Abkühlung in ein Wirbelbett 4 mit verfahrensüblicher Verweilzeit und danach auf ein Sieb 5, dem bei Bedarf noch ein Umluftsichter nachschaltet sein kann, um Staub und andere fremde Feststoffe abzuscheiden.

Gemäss der EP-A-379684 kann das Wirbelbett 2 auch eine Kombination von Sprudelbett und Fliessbett darstellen. Bei Bedarf folgt auf den Siebvorgang ein weiteres Kristallisieren (nicht dargestellt).



Patentansprüche

- 1. Verfahren zur Herstellung von kristallisationsfähigem Kunststoffmaterial wie Polyestern, z.B. PET durch Aufschmelzen von amorphem Kunststoffmaterial, welches nachfolgend granuliert, kristallisiert und nachkondensiert wird, wobei das Kunststoffmaterial keiner Aufheizung vor dem Kristallisieren unterworfen werden muss, dadurch gekennzeichnet, dass das Kunststoffmaterial nach dem Kristallisieren einem Siebvorgang unterworfen wird.
- 2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass die Kristallisation bei einer Temperatur von 140°C bis 180°C erfolgt.
- 3. Vorrichtung zur Herstellung von kristallisationsfähigem Kunststoffmaterial wie Polyester, z.B. PET, zur Durchführung eines Verfahrens nach Anspruch 1, enthaltend eine Granuliervorrichtung, ein Wirbelbett (4) und einen Schachtreaktor (7), dadurch gekennzeichnet, dass dem Wirbelbett (4) ein Sieb (5) nachgeordnet ist.
- 4. Verfahren zur Herstellung von kristallisationsfähigem Kunststoffmaterial wie Polyester, z.B. PET durch Erschmelzen von amorphen Kunststoffmaterial, welches nachfolgend kristallisiert, granuliert und nachkondensiert wird, wobei das Kunststoffmaterial vor dem Kristallisieren nicht erneut erwärmt werden muss, dadurch gekennzeichnet, dass das Kunststoffmaterial mit etwa gleicher Temperatur wie beim Kristallisieren und Granulieren nach dem Granulieren einem Siebvorgang unterworfen wird.
- 5. Verfahren nach Anspruch 4, dadurch gekennzeichnet, dass die Temperatur beim Kristallisieren, Granulieren und Sieben 100°C bis 200°C, bevorzugt 120°C bis 160°C beträgt.
- 6. Verfahren nach einem der Ansprüche 4 oder 5, dadurch gekennzeichnet, dass die Verweilzeit beim Kristallisieren ca. 1 bis 40 Sekunden beträgt, bevorzugt 2 bis 20 Sekunden.

7. Verfahren nach Anspruch 4, dadurch gekennzeichnet, dass auf den Siebvorgang ein weiteres Kristallisieren folgt.

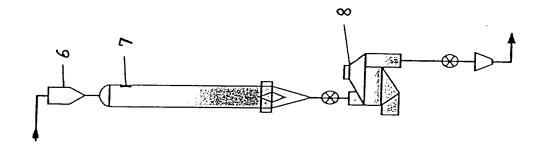
- 8. Vorrichtung zur Herstellung von kristallisationsfähigem Kunststoffmaterial wie Polyester, z.B. PET zur Durchführung eines Verfahrens nach Anspruch 4, mit einem Kristallisator und einem nachfolgenden Cutter (2), dadurch gekennzeichnet, dass dem Cutter (2) ein Sieb (5) nachgeordnet ist.
- 9. Vorrichtung nach Anspruch 8, dadurch gekennzeichnet, dass dem Sieb (5) ein weiterer Kristallisator nachgeordnet ist.

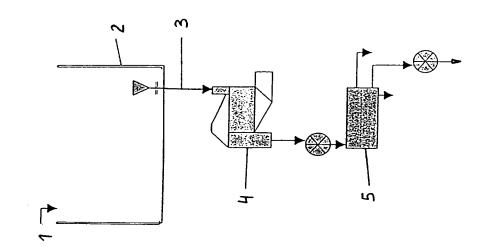
Zusammenfassung

6

Die Erfindung betrifft ein Verfahren und eine Vorrichtung zur Herstellung von kristallisationsfähigem Kunststoffmaterial, insbesondere von PET mittels einer üblichen SSP-Behandlung, wobei das Kunststoffmaterial vor der Kristallisation nur bis auf Kristallisationstemperatur abkühlt und nach dem Granulieren und Kristallisieren bei etwa gleichbleibender Temperatur einem Siebvorgang unterzogen wird.

(Fig.)





,